

## SINTESIS HIDROKSIAPATIT DARI TULANG SAPI DENGAN METODE BASAH-PENGENDAPAN

I'anutul Wahdah, Sri Wardhani\*, Darjito

*Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya  
Jl. Veteran Malang 65145*

\*Alamat korespondensi, Tel : +62-341-575838, Fax : +62-341-575835  
Email: wardhani@ub.ac.id

### ABSTRAK

Hidroksiapatit merupakan unsur anorganik alami yang berasal dari tulang yang dapat dimanfaatkan untuk regenerasi tulang. Hidroksiapatit dapat disintesis dari limbah tulang sapi dengan menggunakan metode basah-pengendapan. Tahap awal dilakukan dengan preparasi dan kalsinasi tulang sapi pada 1000 °C selama 6 jam. Sintesis hidroksiapatit dilakukan dengan mengalirkan larutan  $H_3PO_4$ +etanol dengan laju alir 1 mL/menit ke dalam campuran CaO dan etanol disertai pengadukan dan pemanasan pada 60 °C. Kemudian pemanasan dilanjutkan pada 60 °C selama 1 jam. Campuran kemudian didiamkan pada temperatur kamar selama 24 jam. Selanjutnya diaduk dan dipanaskan kembali pada 60 °C selama 30 menit. Endapan yang diperoleh disaring dan dikeringkan pada temperatur 100 °C, kemudian dipanaskan dalam furnace pada temperatur 800 °C. Serbuk putih yang dihasilkan diuji kelarutannya, hidroksiapatit dengan keeluruhan terkecil tersebut akan dilakukan karakterisasi lebih lanjut dengan XRF dan FTIR.

**Kata kunci:** hidroksiapatit, metode basah, pengendapan, tulang sapi

### ABSTRACT

Hydroxyapatite is the element of natural inorganic derived from bone that can be used to bone regeneration. Hydroxyapatite can be synthesized from the wastes cow's bone by using wet method-precipitation. The first process is cow bone preparation and calcination at 1000 °C during 6 hours. Synthesis of hydroxyapatite is done by flowing of  $H_3PO_4$ +ethanol with flowing rate 1 mL/minute to CaO+ethanol mixture and followed by stirring and heating at 60 °C. And then, the heated continued at 60 °C during 1 hours. The mixture is let off at room temperature during 24 hours. Then, the mixture stirred and heated again at 60 °C during 30 minute. The sediment is filter and dried at 100 °C, then heated at furnace with temperature 800 °C. The white powder that produce is tested the solubility, hydroxyapatite with the smallest solubility will be charactererized further with XRF and FTIR.

**Key words:** Cow bone, Hydroxyapatite, Precipitation, Wet Method.

### PENDAHULUAN

Hidroksiapatit merupakan unsur anorganik alami yang berasal dari tulang yang dapat dimanfaatkan untuk regenerasi tulang, memperbaiki, mengisi, memperluas dan merekonstruksi jaringan tulang [1]. Hal ini dikarenakan hidroksiapatit memiliki sifat biokompatibilitas yang sempurna apabila diimplantkan pada tulang. Senyawa hidroksiapatit yang digunakan pada umumnya masih tergolong mahal karena masih import dari luar negeri dan harganya mencapai 1 juta rupiah per gram [1]. Berdasarkan data BPS [2], konsumsi daging sapi meningkat mulai tahun 2008 hingga 2011 yaitu mencapai 1.519.178 sapi yang

dipotong setiap tahunnya, sehingga tulang sapi yang dihasilkan semakin melimpah. Tulang sapi memiliki kandungan kalsium fosfat sebanyak 58,3% [3] sehingga digunakan tulang sapi sebagai bahan untuk sintesis biokeramik hidroksiapatit. Berbagai metode basah telah dikembangkan dalam sintesis hidroksiapatit, antara lain dengan cara mekanik, *microwave*, ultrasonik, ultrasonik *microwave*, hidrotermal *plasma spray*, *spray drying*, dan ultrasonik *spray freeze drying*. Berbagai metode tersebut prosesnya kompleks dan tidak aman secara biologi, sehingga diperlukan metode yang sederhana, ekonomis, dan ramah lingkungan [4]. Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis dengan metode basah-pengendapan, pemilihan metode ini karena tingkat homogenitas komposisi yang tinggi dapat dicapai dengan mudah pada suhu rendah [5], sederhana, ekonomis, dan mudah dilakukan [6]. Untuk sintesis hidroksiapatit pada penelitian ini kalsium diambil dari tulang sapi yang direaksikan dengan  $H_3PO_4$  sebagai sumber fosfat.

## **METODE PENELITIAN**

### **Bahan dan Alat**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain : sampel tulang sapi, HCl teknis, NaOH teknis, etanol 96 %,  $H_3PO_4$  80 %, aseton teknis, dan aquades (air suling). Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain : peralatan gelas, mortar, stirrer, motorrotary, infus, kertas saring halus, oven, tanur, FT-IR Shimadzu 8400 and XRF Philips.

### **Preparasi Sampel**

Sampel tulang sapi dibersihkan dari daging-daging yang masih menempel, kemudian direbus dalam tekanan tinggi (dipresto). Selanjutnya dijemur di bawah sinar matahari, kemudian direndam dalam NaOH 1% selama 24 jam untuk menghilangkan lipid serta direndam dalam aseton 96 % untuk pembersihan keseluruhan. Kemudian dikalsinasi pada 1000 °C selama 6 jam. Hasil yang diperoleh kemudian digerus dengan mortar.

### **Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit**

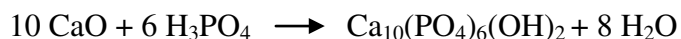
CaO dan  $H_3PO_4$  ditimbang dengan neraca analitik dan masing-masing dimasukkan dalam gelas kimia 250 mL. Masing-masing gelas kimia yang berisi CaO dan  $H_3PO_4$  ditambahkan etanol 96% sebanyak 50 mL, kemudian diaduk, jika tidak larut kemudian dipanaskan. Larutan  $H_3PO_4$  kemudian dimasukkan dalam infus untuk dialirkan pada CaO+etanol. dengan laju alir 1 mL/menit disertai pengadukan dan dipanaskan pada 60 °C. Setelah larutan  $H_3PO_4$  habis dilanjutkan dengan pemanasan pada 60 °C selama 1 jam.

Campuran kemudian didiamkan pada temperatur kamar selama 24 jam. Campuran kemudian diaduk dan dipanaskan pada 60 °C selama 30 menit . Selanjutnya hasil disaring, endapan yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada temperatur 100 °C, kemudian dipanaskan dengan furnace pada temperatur 800 °C, 1000 °C, dan 1250 °C. Hasil akhir yang diperoleh kemudian ditimbang dengan neraca analitik. Lalu dilakukan uji kelarutan dan uji warna. Karakterisasi terhadap hidroksiapatit dilakukan dengan instrumen XRF, XRD, FT-IR, dan SEM-EDX.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Preparasi Sampel dan Sintesis Hidroksiapatit

Tulang sapi 1 kg setelah dipanaskan dalam oven dan dikalsinasi pada 1000 °C mengalami penyusutan massa sebanyak 700 gram dan mengalami perubahan warna dari kekuningan menjadi putih keabu-abuan. Penyusutan massa yang terjadi menunjukkan adanya pelepasan unsur pengisi yang terdapat dalam tulang sapi. Sedangkan perubahan warna yang terjadi disebabkan karena perubahan komposisi unsur pengisi pada saat proses kalsinasi berlangsung [4]. Setelah abu tulang sapi (CaO) direaksikan dengan H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> dan dipanaskan dalam 60 °C serta diendapkan selama 24 jam maka diperoleh hidroksiapatit, reaksi pembentukan ini ditunjukkan pada Persamaan 1.



Hidroksiapatit tersebut kemudian dikalsinasi pada 800 °C. Rendemen yang diperoleh sebesar 62,78 %. Dari hasil uji sifat fisik dan kelarutan didapatkan hidroksiapatit berbentuk serbuk berwarna putih, tersaji dalam Gambar 1. Uji kelarutan menunjukkan bahwa hidroksiapatit memiliki kelarutan dalam aquades sebesar 0,0008 g/mL.



Gambar 1. Hidroksiapatit Hasil Sintesis

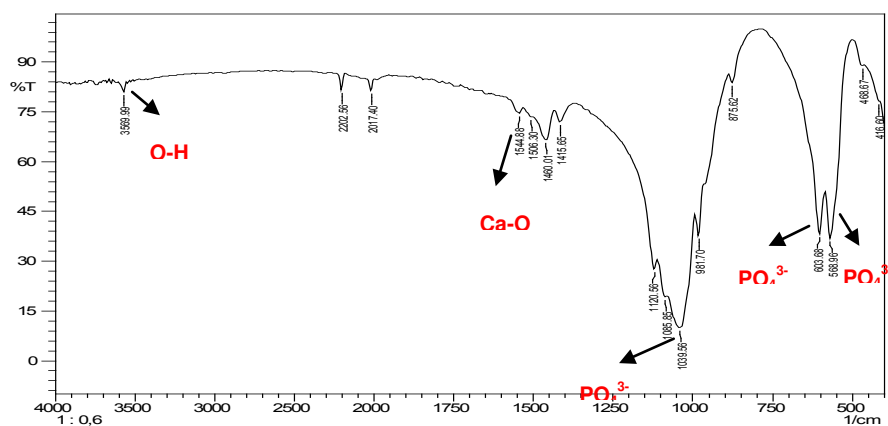
## Karakterisasi Hidroksiapatit

Berdasarkan analisa XRF, kandungan hidroksiapatit terdapat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil XRF Hidroksiapatit

Unsur	Kadar (%)
P	8,78
Ca	88,88
Fe	0,32
Cu	0,082
Zn	0,29
Sr	0,62
Re	0,05
Yb	0,52
Ba	0,47

Berdasarkan spektra FTIR ikatan gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  merupakan intensitas yang tampak paling tinggi yaitu pada bilangan gelombang  $568,96 \text{ cm}^{-1}$ ,  $603,68 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi bending asimetri dan vibrasi *stretching* asimetri terdetekdi pada bilangan gelombang  $1039.56 \text{ cm}^{-1}$ . Gugus fungsi senyawa Ca–O dengan vibrasi *stretching* asimetri terdeteksi pada bilangan gelombang  $1415,65 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1460,01 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1506,30 \text{ cm}^{-1}$ , dan  $1544,88 \text{ cm}^{-1}$ . Hal ini berdasarkan pada penelitian Pattanayak [7] bahwa gugus fungsi senyawa Ca–O terdeteksi pada bilangan gelombang  $1400 \text{ cm}^{-1}$ - $1700 \text{ cm}^{-1}$ . Gugus hidroksil (OH) terdeteksi pada bilangan gelombang  $3569,99 \text{ cm}^{-1}$ . Hidroksiapatit hasil sintesis memiliki beberapa kemiripan data dengan hidroksiapatit pada penelitian Pattanayak [7] pada gugus Fosfat dan Ca-O, Sasikumar [8] pada gugus fosfat, dan Suryadi [6] pada gugus Fosfat dan O-H. Spektra FTIR hidroksiapatit tersaji dalam Gambar 3.



Gambar 3. Spektra FTIR hidroksiapatit

## KESIMPULAN

Hidroksiapatit yang dihasilkan dari metode basah-pengendapan berwarna putih dan berbentuk serbuk dengan rendemen 62,78 %. Kelarutan hidroksiapatit dalam air tergolong kecil yaitu 0,0008 g/mL. Pada karakterisasi menggunakan XRF kandungan hidroksiapatit yang paling dominan adalah Ca dan P yaitu 88,88 % dan 8,78%. Spektrum FT-IR menunjukkan ikatan gugus fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) terdeteksi pada bilangan gelombang 568,96  $\text{cm}^{-1}$ , 603,68  $\text{cm}^{-1}$ , dan 1039,56  $\text{cm}^{-1}$ , gugus OH terdeteksi pada bilangan gelombang 3569,99  $\text{cm}^{-1}$ , dan gugus CaO terdeteksi pada bilangan gelombang 1460,01  $\text{cm}^{-1}$ .

## UCAPAN TERIMAKASIH

Terimakasih kepada DIKTI (Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi) yang telah memberi dana untuk penelitian ini.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Muntamah, 2011, *Sekolah Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Limbah Cangkang Kerang Darah (Anadra granosa, sp)*- Tesis. Institut Pertanian Bogor, Bogor.
2. BPS Indonesia, 2011, *Jumlah Ternak yang Dipotong di Rumah Potong Hewan dan Di Luar Rumah Potong Hewan yang Dilaporkan (Ekor)*  
[http://www.bps.go.id/tab\\_sub/view.php?kat=3&Tabel=1&daftar=1&id\\_subyek=24&notab=13](http://www.bps.go.id/tab_sub/view.php?kat=3&Tabel=1&daftar=1&id_subyek=24&notab=13)
3. Padmono, D., 2005, Alternatif Pengolahan Limbah Rumah Potong Hewan, *Jurnal Teknik Lingkungan*, Vol 6, Hal. 303-310, Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi
4. Pudjiastuti, A.R., 2012, *Preparasi Hidroksiapatit dari Tulang Sapi dengan Metode Kombinasi Ultrasonic dan Spray Drying* – Tesis, Universitas Indonesia, Depok
5. Vahdettin, B., Murat, B., and Elif, B., 2010, Evaluation of Bioceramic Materials in Biology and Medicine, *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, Vol 7, No. 3, pp. 267-278, Dumlupinar University, Turkey.
6. Suryadi, 2011, *Sintesis dan Karakterisasi Biomaterial Hidroksiapatit dengan Proses Pengendapan Kimia Basah* – Tesis, Universitas Indonesia, Depok.
7. Pattanayak, D.K., Divya, P., Upadhyay, S., Prasad, R.C., Rao, B.T. and Mohan, T.R.R., 2005, Synthesis and Evaluation of Hydroxyapatite Ceramics, *Trends Biomater. Artif. Organs*, Vol 18 (2), Indian Institute of Technology, Bombay.

8. Sasikumar, S., 2006, Low Temperatur Synthesis of Nanocrystalline Hydroxyapatite from Egg Shells by Combustio Method, *Trends Biomater*, Vol. 19(2), pp. 70-71.